



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 273 843 A1

4(51) C 08 K 3/18
D 06 M 11/00

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP C 08 K / 262 114 1	(22)	19.04.84	(44)	29.11.89
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71)	VEB Chemiefaserwerk Guben „Herbert Warnke“, Straße der Chemiearbeiter, Wilhelm-Pieck-Stadt Guben, 7560, DD
(72)	Schmalz, Ernst-Otto, Dr. Dipl.-Chem.; Ahlers, Klaus-Dieter, Dr. Dipl.-Chem.; Sattler, Wolf, Dr. Dipl.-Chem.; Reeck, Regina, Dipl.-Chem., DD

(54)	Verfahren zur Mattierung schmelzgesponnener Hochpolymerer
------	---

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Mattierung schmelzgesponnener Hochpolymerer. Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren, das bei der Faserstoffherstellung angewendet wird. Das Ziel der Erfindung besteht in der Verbesserung der Gesamtökonomie des Verfahrens. Aufgabe der Erfindung ist die Schaffung eines Verfahrens, das es durch den Einsatz einer Mattierungsmittelkombination ermöglicht, ein qualitativ verbessertes Produkt zu erhalten. Die erfindungsgemäße Lösung sieht ein Verfahren vor, bei dem ein Mattierungsmittelgemisch bestehend aus Bariumsulfat und Titandioxid, wobei der Gehalt an Bariumsulfat größer als 80% und der Gehalt an Titandioxid kleiner als 20% ist, den monomeren Ausgangsstoffen zugesetzt wird.

Erfindungsanspruch:

Verfahren zur Mattierung schmelzgesponnener Hochpolymerer, insbesondere Polyamid und Polyester, durch Zugabe anorganischer im Polymer unlöslicher Substanzen in pastöser oder suspendierter Form zu den monomeren Ausgangsstoffen und anschließender Polykondensation dieses Gemisches sowie einer auf die Polykondensation folgenden Verspinnung und textilen Weiterverarbeitung des Polykondensates, gekennzeichnet dadurch, daß ein Mattierungsmittelgemisch bestehend aus Bariumsulfat und Titandioxid, wobei der Gehalt an Bariumsulfat größer als 80% und der Gehalt an Titandioxid kleiner als 20% ist, zugesetzt wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Mattierung schmelzgesponnener Hochpolymerer, insbesondere Polyamid und Polyester, die in nachfolgenden Bearbeitungsvorgängen zu Endlosfäden, Fasern, Borsten oder Drähten weiterverarbeitet werden.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bekannt, die Durchsichtigkeit und den speckigen Glanz hochpolymerer, schmelzgesponnener Fäden durch das Einbringen anorganischer Weißpigmente, beispielsweise Titandioxid, zu mindern beziehungsweise gänzlich zu beseitigen.

Ludewig führt in „Polyesterfasern – Chemie und Technologie“, Akademie-Vorlag Berlin, 1975, auf Seite 121 aus, daß durch Zugabe von 0,3 bis 0,6% Titandioxid ein ausreichender Matteffekt erzielt wird. Die Zugabe des Mattierungsmittels erfolgt, wie in o. g. Quelle auf den Seiten 154 und 155 beschrieben ist, als glykolische Suspension oder in pastöser Form, wobei die Ausgangsmaterialien Rutil und Anatas gemahlen werden, um Korngrößen zwischen 0,5 und 1,5 µm zu erhalten.

Das Mattierungsmittel wird, wie Klare in „Synthetische Fasern aus Polyamiden“, Akademie-Verlag Berlin, 1963, auf den Seiten 78 und 83 ausführt, den monomeren Ausgangsstoffen, in diesem Falle dem Laktam, zugesetzt, die anschließend einer Polykondensation unterzogen werden. Der Mechanismus der Mattierung beruht darauf, daß durch das Inkorporieren des Mattierungsmittels im Hochpolymeren Phasengrenzen erzeugt werden, an denen das einfallende Licht gestreut wird. Dieser Effekt beruht bekannterweise auf den unterschiedlichen Brechungsindices der beiden Phasen und nimmt demzufolge mit der Differenz der Brechungsindices zwischen dem Hochpolymeren und der als Mattierungsmittel eingebrachten Substanz zu. Während Polyamid einen mittleren Brechungsindex von 1,54 und Polyester einen mittleren Brechungsindex von 1,58 aufweist, beträgt der mittlere Brechungsindex bei Titandioxid (Anatas) 2,52, bei Titandioxid (Rutil) 2,76, bei Zinksulfid (Blende) 2,37, bei Bariumsulfat 1,64 und bei Kalziumsulfat (Gips) 1,53.

Aus diesen Werten ist ersichtlich, daß die Differenz der Brechungsindices bei Titandioxid am größten ist, weshalb bei der Herstellung faserbildender Hochpolymerer fast ausschließlich Titandioxid zum Einsatz kommt.

Denkbar wäre auf Grund des bei 2,37 liegenden Brechungsindex noch die Anwendung von Zinksulfid, worüber es in der Fachliteratur auch Ausführungen gibt.

Aus den Brechungsindices der übrigen anorganischen Substanzen, wie beispielsweise Bariumsulfat oder Kalziumsulfat, ist ableitbar, daß bei Dosierung in üblichen Konzentrationen kein Mattierungseffekt zu erwarten ist.

Aus der Patentliteratur geht hervor, daß Fälle bekannt sind, in denen der Einsatz von anorganischen Substanzen mit niedrigen Brechungsindices als Mattierungsmittel jedoch erfolgt ist.

In der JP-PS 58041718 wird die Anwendung von Bariumsulfat als Pigment zum Mattieren plastischer Harze beschrieben und gemäß JP-PS 58025363 werden Bariumsulfat und Baryt als Pigmente für Filme und Fotopapiere vorgeschlagen.

Im Hinblick auf die Verwendungsfähigkeit der vorgeschlagenen Lösungen sind folgende Nachteile feststellbar:

Titandioxid liefert zwar einen ausreichenden Mattierungseffekt, ist jedoch ein sehr teures Produkt, dessen Einsatz die Kosten des Gesamtverfahrens ungünstig beeinflusst. Als nachteilig hat sich weiter herausgestellt, daß selbst bei üblichen Zusatzkonzentrationen Einschleiffeffekte mattierter Fäden an Fadenleitelementen unvermeidbar sind.

Bei Einsatz anderer Substanzen, wie beispielsweise Bariumsulfat, sind sehr hohe Konzentrationen erforderlich, um einen befriedigenden Mattierungseffekt zu erreichen. Hohe Konzentrationen sind jedoch mit sich einstellenden technologischen Nachteilen verbunden.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht in der Verbesserung der Gesamtkonomie des Verfahrens bei gleichzeitiger Beibehaltung eines ausreichenden Mattierungseffektes unter Vermeidung ungünstiger technologischer und textilphysikalischer Auswirkungen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Mattierung schmelzgesponnener Hochpolymerer zu schaffen, das es durch den Einsatz einer Mattierungsmittelkombination ermöglicht, ein qualitativ verbessertes Produkt zu erhalten.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch ein Verfahren zur Mattierung schmelzgesponnener Hochpolymerer, insbesondere Polyamid oder Polyester, durch Zugabe anorganischer, im Polymer unlöslicher Substanzen in pastöser oder suspendierter Form

zu den monomeren Ausgangsstoffen und anschließender Polykondensation dieses Gemisches sowie einer auf die Polykondensation folgenden Verspinnung und textilen Weiterverarbeitung des Polykondensates gelöst, welches dadurch charakterisiert ist, daß ein Mattierungsmittelgemisch bestehend aus Bariumsulfat und Titandioxid, wobei der Gehalt an Bariumsulfat größer als 80% und der Gehalt an Titandioxid kleiner als 20% ist, zugesetzt wird.

Überraschend wurde gefunden, daß ein erfindungsgemäßes Mattierungsmittelgemisch bereits bei Zusatz in geringen Konzentrationen nicht nur zu einem dem Titandioxid adäquaten Mattierungseffekt führt, sondern gleichzeitig die Eigenschaften der aus dem mattierte Polykondensat hergestellten Fäden, wie beispielsweise deren Einschleifverhalten, positiv beeinflusst. Wesentlich für das Eintreten des erfindungsgemäßen Effektes ist der Einsatz des Bariumsulfates als gefällte Verbindung. Die Zugabe des gefällten Bariumsulfates zu den monomeren Ausgangsstoffen bewirkt offensichtlich durch die weitestgehende Erhaltung der bei der Fällung erzielten Teilchengröße neben der gleichmäßigen Verteilung der zugesetzten Substanz eine günstige Beeinflussung der Lichtstreuung an den Phasengrenzen.

Empfehlenswert ist der Einsatz des Mattierungsmittelgemisches in pastöser Form.

Selbst bei einem Absenken des Titandioxid-Gehaltes innerhalb des Mattierungsmittelgemisches auf 0,1% tritt keine Verschlechterung des durch das erfindungsgemäße Mattierungsmittelgemisch erreichbaren Mattierungseffektes auf. Bereits eine Mattierungsmittelgemisch-Konzentration zwischen 1,0 und 1,3% ist für das Erreichen eines Mattierungseffektes, der dem eines 0,3%igen Titandioxid-Zusatzes entspricht, ausreichend.

Die Einschleiferscheinungen der unter Zusatz des erfindungsgemäßen Mattierungsmittelgemisches hergestellten Fäden an den Fadenleitelementen gingen bis auf ein vertretbares Mindestmaß zurück.

Die Zugabe des erfindungsgemäßen Mattierungsmittelgemisches zu den monomeren Ausgangsstoffen sowie die sich daran anschließende Polykondensation erfolgt unter üblichen Prozeßbedingungen. Das erhaltene Polykondensat wird in üblicher Weise granuliert, extrahiert und zu Fäden ausgesponnen, die einer nachfolgenden textilen Weiterbehandlung unterzogen werden.

Gegenüber bekannten Lösungen weist die erfindungsgemäße Lösung folgende Vorteile auf:

Durch die teilweise Substitution des Titandioxids gestaltet sich das erfindungsgemäße Verfahren besonders kostengünstig, was sich positiv auf die Gesamtökonomie der Polymerenherstellung auswirkt.

Die Erreichung eines dem Einsatz von Titandioxid adäquaten Mattierungseffektes ist beim erfindungsgemäßen Verfahren außerdem noch mit einer wesentlichen Verbesserung des Einschleifverhaltens der mattierte Fäden verbunden.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll an Ausführungsbeispielen nachstehend näher erläutert werden:

Beispiel 1:

300g Titandioxid wurden in 1600g einer Wasser-Laktam-Mischung dispergiert und in einem 160-l-Autoklav zu 99 kg Laktam hinzugegeben. Nach Zugabe von 3l Wasser und Essigsäure, als Kettenregler, erfolgte bei 270°C eine 20stündige Polykondensation dieses Gemisches.

Nach Beendigung der Polykondensationsreaktion wurde das eine Lösungsviskosität von 2,54 aufweisende Polykondensat ausgetragen, granuliert, extrahiert, getrocknet und zu Seide versponnen. Die mattierte Seide wies eine Reißkraft von 41,5 cN/tex, eine Dehnung von 47,2% und einen Mattierungseffekt bestimmt als Weißgrad nach Taube von 58,3 auf. Das Einschleifverhalten dieser mit Titandioxid mattierte Seide war unbefriedigend.

Beispiel 2:

100g Titandioxid und 1000g Bariumsulfat wurden in 6l einer Wasser-Laktam-Mischung dispergiert und zusammen mit Essigsäure, als Kettenregler, zu 97 kg Laktam in einen 160-l Autoklav gegeben. Die weitere Behandlung dieses Gemisches erfolgte analog Beispiel 1. Die aus dem eine Lösungsviskosität von 2,47 aufweisenden Polykondensat hergestellte Seide wies bei einer Reißkraft von 40,7 cN/tex und einer Dehnung von 49,3% einen Mattierungseffekt bestimmt als Weißgrad nach Taube von 59,8 auf. Das Einschleifverhalten dieser mit dem erfindungsgemäßen Mattierungsmittelgemisch mattierte Fäden war, bis auf sehr geringe Einschleifspuren, als sehr gut einzuschätzen.